



本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

10/044,956

RECEIVED  
APR -9 2002  
TECHNOLOGY CENTER 2000

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年 1月15日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-006822

[ST.10/C]:

[JP2001-006822]

出 願 人

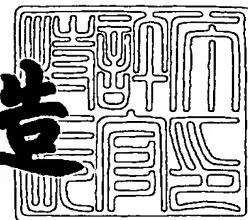
Applicant(s):

独立行政法人産業技術総合研究所

2002年 2月 8日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2002-3004952

【書類名】 特許願

【整理番号】 102F2259

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G01N 3/00

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市並木1丁目2番地 経済産業省産業技術  
総合研究所機械技術研究所内

【氏名】 中山 景次

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市並木1丁目2番地 経済産業省産業技術  
総合研究所機械技術研究所内

【氏名】 初鹿野 寛一

【特許出願人】

【識別番号】 301000011

【氏名又は名称】 経済産業省産業技術総合研究所長 日下 一正

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 荷電粒子放出検出による材料評価方法および装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 被検体中に押し込む圧子、前記圧子の先端の近傍に前記圧子に取り付けられたまたは前記圧子とは別体の荷電粒子捕集素子、前記圧子の押し込み荷重を検出する押し込み荷重検出器および前記圧子の変位量を検出する変位検出器を具備したことを特徴とする荷電粒子放出検出による材料評価装置。

【請求項 2】 被検体が薄膜を被覆した基板であることを特徴とする特許請求範囲第 1 項記載の荷電粒子放出検出による材料評価装置。

【請求項 3】 被検体が圧子の押し込み方向に対し傾斜角を有することを特徴とする特許請求範囲第 1 項記載の荷電粒子放出検出による材料評価装置。

【請求項 4】 圧子がダイヤモンド、サファイア、圧電材料であることを特徴とする特許請求範囲第 1 項記載の荷電粒子放出検出による材料評価装置。

【請求項 5】 押し込み荷重検出器が被検体の下に位置しかつ変位検出器が被検体に対する圧子の相対変位を測定する構造を有することを特徴とする特許請求の範囲第 1 項記載の荷電粒子放出検出による材料評価装置。

【請求項 6】 押し込み荷重検出器が電子天秤である特許請求の範囲第 5 項記載の荷電粒子放出検出による材料評価装置。

【請求項 7】 変位検出器が、光干渉計または光反射強度計である特許請求の範囲第 5 項記載の荷電粒子放出検出による材料評価装置。

【請求項 8】 非検体中に圧子を押し込み、押し込み荷重と押し込み深さおよび荷電粒子を同時に検出することを特徴とする荷電粒子放出検出による材料評価方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【産業上の利用分野】

この発明は、脆性薄膜の剥離強度計測などの材料評価方法及び材料評価装置に関するものである。

【 0 0 0 2 】

## 【従来の技術】

脆性薄膜の剥離強度を計測する際には、膜面に対して斜め上方より圧子を押し込み、または膜面が形成されている基板を斜めにセットして、圧子を膜面と基板との界面に差し込み、脆性薄膜の剥離発生時に発生する、急激な圧子押し込み荷重の変動をもって膜剥離時とする。測定に際しては、圧子の押し込み荷重と押し込み変位の関係を求め、押し込み荷重の急激な変動が発生した時点の荷重より膜剥離強度とを算出する。また脆性材料の脆性破壊強度を評価する材料試験においては、試験片に圧子を押し込み、脆性破壊時に発生するAE（アコースティックエミッション）を計測して破壊を判定することも行われる。

## 【0003】

## 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、この押し込み変位計測による方法においては、荷重－変位曲線の変動が広くかつ明瞭でなく、測定誤差が大きいという問題がある。また、AEを計測する材料試験などではAEとノイズ音響を弁別するための装置が大がかりとなる。

## 【0004】

そこで、本発明の目的は、膜の剥離時や材料脆性破壊時に発生する荷電粒子を検出することにより、高感度で剥離発生時や脆性破壊時を特定し、以て剥離強度や脆性破壊強度を正確に測定できる材料評価方法及び材料評価装置を提供することにある。

## 【0005】

## 【実施例】

以下、この発明を図示の実施例により詳細に説明する。

まず、この発明の材料評価方法に使用する材料評価装置について説明する。

図1において、1は材料評価装置である。材料評価装置1はフレーム2を有し、フレーム2上に試料台3が設置可能である。試料台3は図1Aに示すように上面の資料セット面が水平面の資料台3aや、或いは、図1B又は図1Cに示すような試料セット面が傾斜した試料台3b或いは傾斜機構付の試料台を用いることができる。押し込み保持器5には先端が鋭利で硬質な先端7をもつ圧子6が取り付け

けられる。

【0006】

圧子6の先端7は例えばダイヤモンド、サファイアなどで構成される。圧子6の先端7と荷電粒子捕集素子8aは一体となっており、または圧子6の先端7の近傍に圧子6とは別体の荷電粒子捕集素子8bが配置されている。

【0007】

さらに材料評価装置1には変位検出器11、荷重検出器12、計測システム13、トリガ回路14、パソコン15、表示装置16が備えられている。

【0008】

計測システム13は、荷電粒子検出器17、荷電粒子計測システム18、A/D変換器21、荷重計測システム22、A/D変換器23、変位計測システム24、A/D変換器25を備えている。

【0009】

次にこのように構成された材料評価装置1を使用した、この発明の材料評価方法について説明する。

【0010】

材料破壊強度評価においては、図1Aに示すように薄膜状被検体26を試料台3a上に水平にセットし、また、剥離強度評価においては、図1B及びCに示すように、薄膜状被検体26を硬質の基板27上に付着させて試料台3bにセットして傾斜して位置させる。

【0011】

図1Aに示す材料破壊強度評価及び図1Bに示す剥離強度評価の場合は圧子6を先端7から被検体26に押し込む。また図1Cに示す剥離強度評価の場合は圧子6の先端7を被検体26と基板27の間の界面に押し込む。圧子26の押し込みに伴い放出される正の荷電粒子または負の荷電粒子を押し込み荷重及び押し込み量（変位量）と同時に検出する。これらの荷電粒子は、電子、負イオン、正イオンなどである。脆性固体や脆性薄膜の破壊に伴うクラックの生成、膜と下地との界面剥離などに伴って、正、負の荷電粒子が放出されるので、逆にこれらの荷電粒子を検出することにより、クラックの発生、膜剥離の発生を高感度で検出す

ることができる。変位検出器 1 1 や荷重検出器 1 2 により検出された変位量や荷重値は、それぞれ変位計測システム 2 4 や荷重計測システム 2 2 により計測される。一方、荷電粒子は荷電粒子捕集素子 8 a または 8 b より捕捉された後、荷電粒子検出器 1 7 により検出され、荷電粒子計測システムにより計測される。この前記の通り荷電粒子捕集素子には二種類あり、押し込み圧子 6 と一体となった荷電粒子捕集体 8 a は発生する荷電粒子の極近傍に位置することができるので効率よく荷電粒子を捕捉できるが、圧子と被検体の近傍に配置された荷電粒子捕集素子 8 b でもよい。この際、捕集される荷電粒子と異なる符号の電位を捕集素子に印加することにより荷電粒子を効率よく捕捉する。すなわち、正の荷電粒子の捕集には負の電圧を印加し、負の荷電粒子の捕集には正の電圧を印加する。荷電粒子捕集素子 8 a および 8 b は伝導体または伝導性のよい半導体であるが、荷電粒子捕集素子 8 b は真空中の場合には二次電子増倍管も用いられる。その検出された荷電粒子の信号は荷電粒子計測システム 1 8 により増幅・積算される。電荷信号、変位信号、荷重信号は共通のトリガ回路 1 4 により、同時に取り込まれ、共に A/D 変換された後パソコン（パーソナルコンピュータ）1 5 に取り込まれて、荷重値と荷電粒子の放出強度が変位量の関数として表示装置に表示される。

図 2 に本発明の材料評価装置 1 を用いてガラス基板上のアルミナ膜の、圧子の変位量に対する圧子押し込み荷重および荷電粒子放出量の関係を示す。圧子が被検体表面に接触して荷重が検出された点を圧子接触点としそれ以降の変位は押し込み深さに相当する。圧子が被検体に押し込まれるに伴い、アルミナ膜の破壊により荷電粒子放出量は増加していくが、アルミナ膜がガラス基板からはく離れたときに急激な増加が見られる。このときの荷重を剥離とする。

#### 【0 0 1 2】

図 2 において、アルミナ膜がはく離れたときに荷重のわずかな変動がみられるが、荷重変動の変位範囲が広くかつ弱いので算出されるはく離強度は大きな誤差を有する。しかし本発明では剥離開始点を超高感度で検出でき、かつ正確に計算できる。

#### 【0 0 1 3】

#### 【発明の効果】

以上の説明から明らかな通り、この発明によれば、膜の剥離時や材料の脆性破壊時に発生する荷電粒子を検出することにより、高感度で剥離発生時や脆性破壊時を特定し、これにより剥離強度や脆性破壊強度を正確に測定できる材料評価方法及び装置を得ることができる。

【 0 0 1 4 】

【図面の簡単な説明】

【図 1】

この発明の材料評価装置の構成説明図

【図 2】

剥離試験における荷電粒子発生量の変化を示すグラフ

【符号の説明】

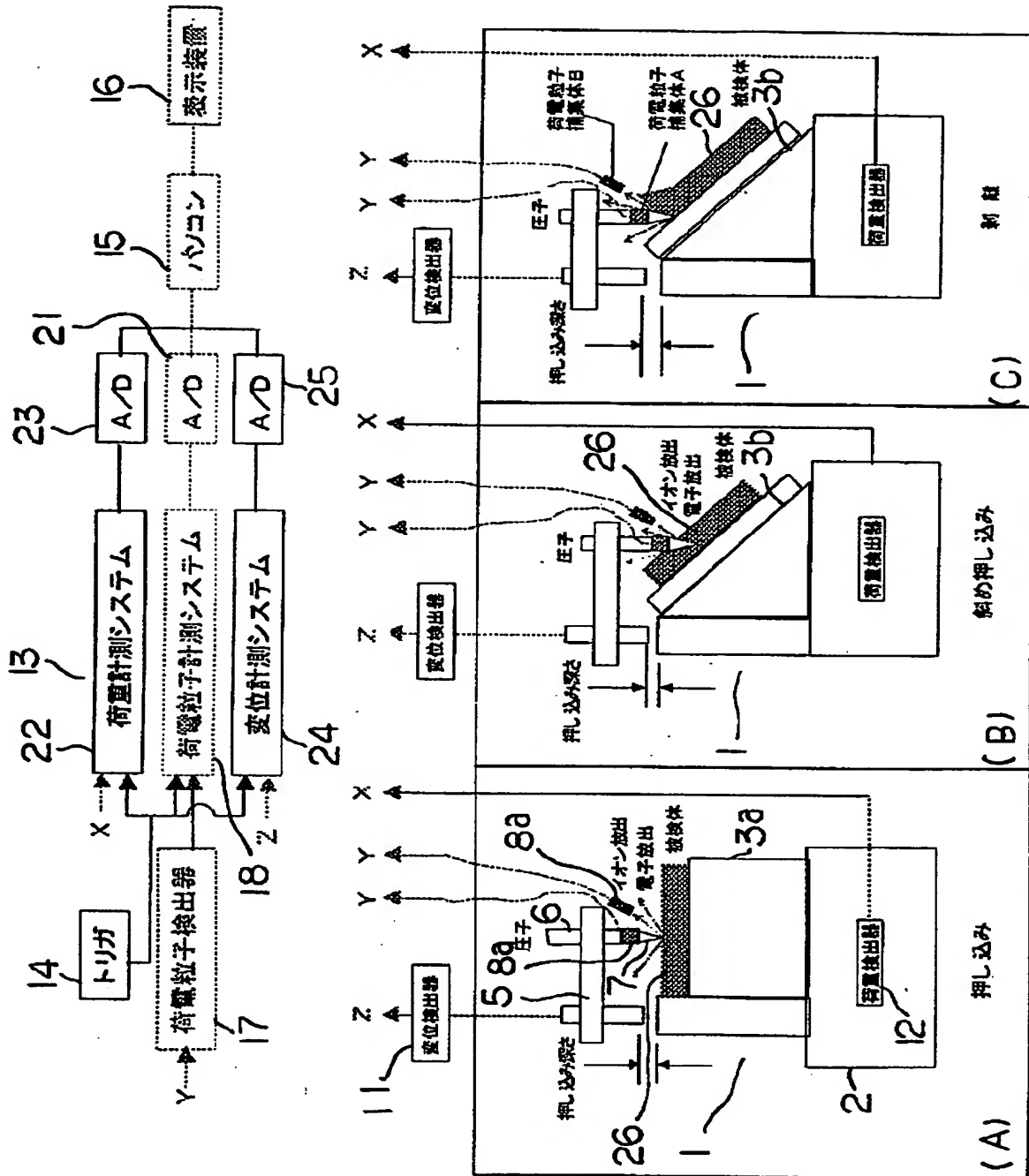
- 1 材料評価装置
- 2 フレーム
- 3 試料台
- 5 保持器
- 6 圧子
- 7 先端
- 8 a 荷電粒子捕集素子
- 8 b 荷電粒子捕集素子
- 1 1 変位検出器
- 1 2 荷重検出器
- 1 3 計測システム
- 1 4 トリガ回路
- 1 5 パソコン
- 1 6 表示装置
- 1 7 荷電粒子検出器
- 1 8 荷電粒子計測システム
- 2 1 A/D変換器
- 2 2 荷重計測システム

- 2 3 A / D 変換器
- 2 4 変位計測システム
- 2 5 A / D 変換器
- 2 6 被検体

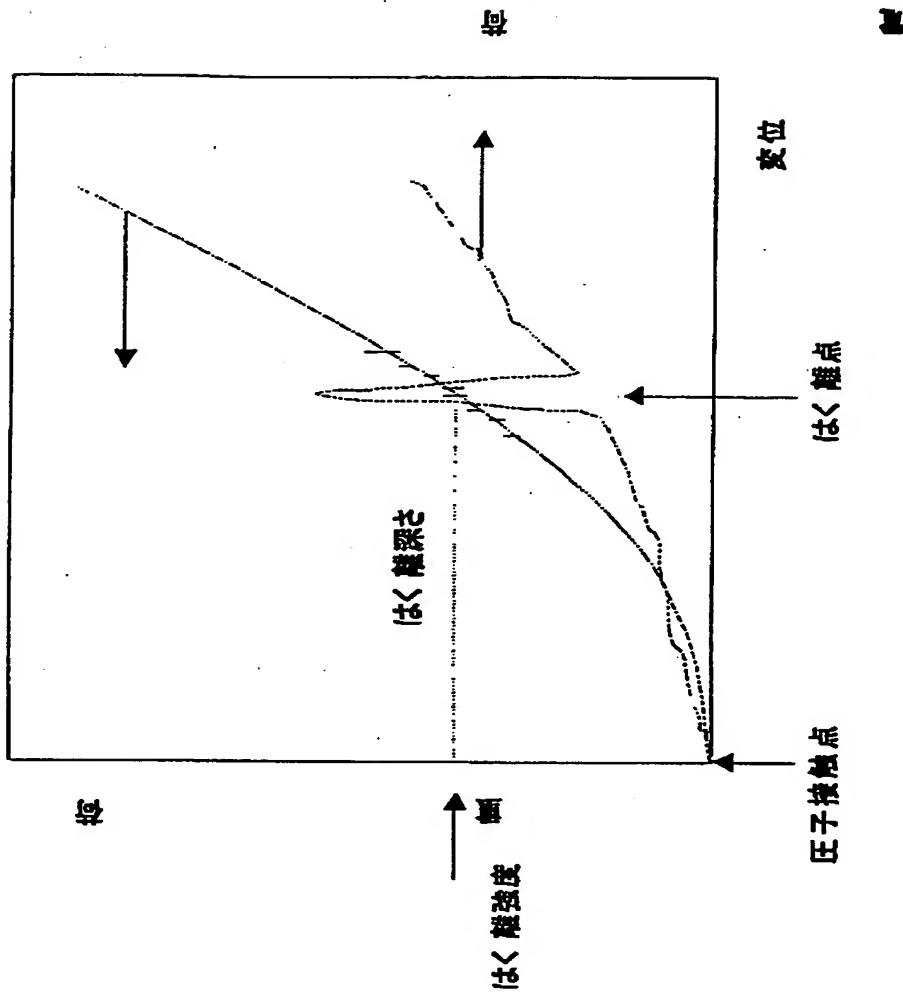
【書類名】

図面

【図1】



【図2】



【書類名】 要約書

【要約】

【目的】

膜の剥離時や材料脆性破壊時に発生する荷電粒子を検出することにより、高感度で剥離発生時や脆性破壊時を特定し、以て剥離強度や脆性破壊強度を正確に測定できる材料評価方法及び材料評価装置を提供する

【構成】

被検体 2 6 中に押し込む圧子 6、圧子 6 の先端の近傍に圧子 6 に取り付けられたまたは圧子 6 とは別体の荷電粒子捕集体 8 a または 8 b、圧子 6 の押し込み荷重を検出する押し込み荷重検出器および圧子 6 の変位量を検出する変位検出器 1 1 を具備した

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2001-006822
受付番号	50100045777
書類名	特許願
担当官	伊藤 雅美 2132
作成日	平成13年 1月23日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成13年 1月15日
【特許出願人】	申請人
【識別番号】	301000011
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関1丁目3番1号
【氏名又は名称】	経済産業省産業技術総合研究所長

【書類名】 出願人名義変更届（一般承継）  
【あて先】 特許庁長官殿  
【事件の表示】  
【出願番号】 特願2001- 6822  
【承継人】  
【識別番号】 301021533  
【氏名又は名称】 独立行政法人産業技術総合研究所  
【代表者】 吉川 弘之  
【連絡先】 部署名 独立行政法人産業技術総合研究所  
知的財産部知的財産管理室  
担当者 長山 隆久  
電話番号 0298-61-3282  
【提出物件の目録】  
【物件名】 権利の承継を証明する書面 1  
【援用の表示】 平成6年特許願第39472号  
【プルーフの要否】 要

特2001-006822

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2001-006822
受付番号	50101413399
書類名	出願人名義変更届（一般承継）
担当官	伊藤 雅美 2132
作成日	平成13年10月 3日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成13年 9月26日
-------	-------------

次頁無

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [301000011]

1. 変更年月日 2001年 1月 4日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都千代田区霞が関1丁目3番1号  
氏 名 経済産業省産業技術総合研究所長

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [301021533]

1. 変更年月日 2001年 4月 2日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区霞が関1-3-1

氏 名 独立行政法人産業技術総合研究所